

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-146531  
 (43)Date of publication of application : 22.05.2002

(51)Int.CI.

C23C 16/14  
 H01L 21/285  
 H01L 21/768

(21)Application number : 2000-333673

(22)Date of filing : 31.10.2000

(71)Applicant : APPLIED MATERIALS INC

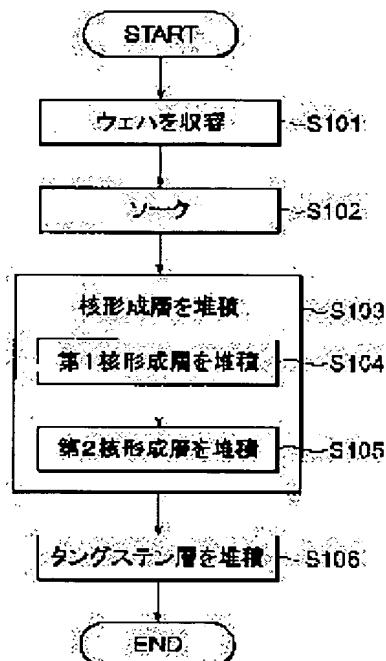
(72)Inventor : NISHIYAMA TOSHIHIKO  
 MORIMOTO MASAHIRO  
 MAKIZAKI HIROYUKI  
 MIYANAGA MAMIKO

## (54) VAPOR DEPOSITION METHOD AND SYSTEM

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a vapor deposition method and a system therefor by which, in the case of a substrate provided with a hole having a high aspect ratio, a tungsten metallic layer can sufficiently be buried in the hole.

**SOLUTION:** A tungsten metallic layer is deposited on a semiconductor wafer. Prior to a tungsten deposition process (step S106), a nuclei formation process (S103) performed by feeding gaseous WF6 and gaseous SiH4 is divided into two stages. A first nuclei formation layer is deposited by a first gaseous mixture having a high flow rate ratio of gaseous SiH4 (S104). After that, the deposition of a second nuclei formation layer by a second gaseous mixture (S105) and the deposition of a tungsten layer by a third gas (S106) are successively performed. In this way, the tungsten metallic layer can sufficiently be buried in the hole of a wafer.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-146531

(P2002-146531A)

(43)公開日 平成14年5月22日 (2002.5.22)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マコ-ト <sup>8</sup> (参考)
C 23 C 16/14		C 23 C 16/14	4 K 0 3 0
H 01 L 21/285		H 01 L 21/285	C 4 M 1 0 4
	3 0 1		3 0 1 R 5 F 0 3 3
21/768		21/90	C

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全13頁)

(21)出願番号 特願2000-333673(P2000-333673)

(71)出願人 390040660

アプライド マテリアルズ インコーポレ  
イテッド  
APPLIED MATERIALS, I  
NCORPORATED  
アメリカ合衆国 カリフォルニア州  
95054 サンタ クララ パウアーズ ア  
ベニュー 3050

(22)出願日 平成12年10月31日 (2000.10.31)

(74)代理人 100088155

弁理士 長谷川 芳樹 (外1名)

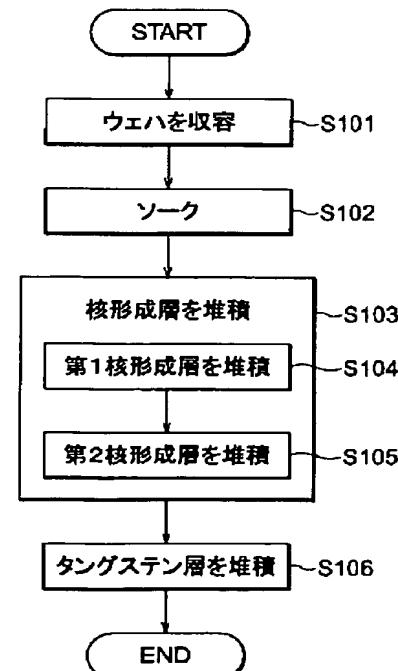
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 気相堆積方法及び装置

(57)【要約】

【課題】 アスペクト比が高いホールが設けられた基板に対しても、ホール内に充分にタングステン金属層を埋め込むことが可能な気相堆積方法及び装置を提供する。

【解決手段】 半導体ウェハ上にタングステン金属層を堆積させるときに、タングステン堆積工程 (ステップS106) に先立って、WF<sub>6</sub>ガス及びSiH<sub>4</sub>ガスを供給して行われる核形成工程 (S103) を2段階に分けて、SiH<sub>4</sub>ガスの流量比が高い第1の混合ガスによって第1核形成層を堆積 (S104) した後、第2の混合ガスによる第2核形成層の堆積 (S105) 、及び第3のガスによるタングステン層の堆積 (S106) を順次行う。これによって、ウェハのホール内に充分にタングステン金属層を埋め込むことが可能となる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板上にタングステンを含む金属層を堆積させる気相堆積方法であって、

タングステン原子を含有する化合物からなるW化合物ガス及びシリコン原子を含有する化合物からなるSi化合物ガスを流量比  $x_1 : y_1$  で含む第1の混合ガスを供給して、前記基板上に第1核形成層を堆積する第1核形成工程と、

前記W化合物ガス及び前記Si化合物ガスを条件

$$x_1/y_1 < x_2/y_2$$

を満たす流量比  $x_2 : y_2$  で含む第2の混合ガスを供給して、前記第1核形成層上に第2核形成層を堆積する第2核形成工程と、

前記W化合物ガスを含む第3のガスを供給して、前記第2核形成層上にタングステン層を堆積するタングステン堆積工程と、を備えることを特徴とする気相堆積方法。

【請求項2】 前記第1核形成工程において、前記第1の混合ガスの流量比  $x_1 : y_1$  が、条件

$$1/1 \leq x_1/y_1 \leq 4/3$$

を満たすことを特徴とする請求項1記載の気相堆積方法。

【請求項3】 前記第2核形成工程において、前記第2の混合ガスの流量比  $x_2 : y_2$  が、条件

$$3/1 \leq x_2/y_2 \leq 4/1$$

を満たすことを特徴とする請求項1記載の気相堆積方法。

【請求項4】 前記第2核形成工程において、前記W化合物ガスの流量と、前記Si化合物ガスの流量とを合わせた合計流量が、 $30 \text{ cm}^3/\text{min}$  以下であることを特徴とする請求項1記載の気相堆積方法。

【請求項5】 前記第1核形成工程において、前記第1の混合ガスのガス圧力が、 $8 \text{ kPa}$  以下であることを特徴とする請求項1記載の気相堆積方法。

【請求項6】 前記第1核形成工程における前記第1の混合ガスのガス圧力と、前記第2核形成工程における前記第2の混合ガスのガス圧力とが、略等しいことを特徴とする請求項1記載の気相堆積方法。

【請求項7】 前記第1核形成工程の前に、前記Si化合物ガスを含む予備加熱用ガスを供給しつつ、前記基板を予備的に加熱する予備加熱工程をさらに備えることを特徴とする請求項1記載の気相堆積方法。

【請求項8】 前記予備加熱工程において、前記予備加熱用ガスのガス圧力が、 $10 \text{ kPa}$  以上であることを特徴とする請求項7記載の気相堆積方法。

【請求項9】 基板上にタングステンを含む金属層を堆積させる気相堆積装置であって、

前記基板を収容するチャンバと、

前記チャンバ内に収容された前記基板に対してタングステン原子を含有する化合物からなるW化合物ガスを供給する第1のガス供給源、及びシリコン原子を含有する化

合物からなるSi化合物ガスを供給する第2のガス供給源を有するガス供給系と、

前記W化合物ガス及び前記Si化合物ガスを流量比  $x_1 : y_1$  で含む第1の混合ガスを供給して、前記基板上に第1核形成層を堆積し、続いて、前記W化合物ガス及び前記Si化合物ガスを条件

$$x_1/y_1 < x_2/y_2$$

を満たす流量比  $x_2 : y_2$  で含む第2の混合ガスを供給して、前記第1核形成層上に第2核形成層を堆積した後、

10 前記W化合物ガスを含む第3のガスを供給して、前記第2核形成層上にタングステン層を堆積するように、前記ガス供給系を制御する気相堆積制御手段と、を備えることを特徴とする気相堆積装置。

【請求項10】 前記第1の混合ガスの流量比  $x_1 : y_1$  が、条件

$$1/1 \leq x_1/y_1 \leq 4/3$$

を満たすことを特徴とする請求項9記載の気相堆積装置。

20 【請求項11】 前記第2の混合ガスの流量比  $x_2 : y_2$  が、条件

$$3/1 \leq x_2/y_2 \leq 4/1$$

を満たすことを特徴とする請求項9記載の気相堆積装置。

【請求項12】 前記気相堆積制御手段は、前記第1核形成層を堆積する前に、前記Si化合物ガスを含む予備加熱用ガスを供給しつつ、前記基板を予備的に加熱するように、前記ガス供給系を制御することを特徴とする請求項9記載の気相堆積装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 30 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、半導体ウェハなどの基板上にタングステンを含む金属層を堆積させる気相堆積方法及び装置に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 シリコンウェハなどの半導体ウェハ上及び半導体ウェハ中における半導体集積回路の形成においては、通常、プロセッシングされたウェハ上の種々のコンタクトに対して導電性インターフェクトを形成するため、導電性の金属層が用いられる。この金属層は、半導体ウェハ上の絶縁層に設けられたコンタクトホールやビア (Via) などのホール (凹部) 内を充填する (Via Fill) ことによって、層間結線として機能する。

40 【0003】 上記した金属層としては、アルミニウムや金なども用いられるが、特に、ホール内を充分に充填して金属層による配線の信頼性を向上するため、ホール内にタングステン (W) 層を埋め込むタングステンプラグ (W-Plug) が用いられるようになってきている。

【0004】 このようなタングステンプラグは、通常、以下のような装置及び工程によって作成される。まず、50 化学的気相堆積 (CVD : Chemical Vapor Depositi

n) 装置のチャンバ内に収容されたシリコンウェハなどの基板に対して、多孔板からなるシャワーヘッドを介してプロセスガスを供給し、バリア層及びタングステン層 (Tungsten Layer) などの各層を順次形成する。そして、ホール内以外に堆積されたタングステン層などの不要部分を化学機械的研磨 (CMP : Chemical-Mechanical Polishing) によって除去して、タングステンプラグとする。

【0005】また、CVD法でタングステン層を堆積するのに先立って、通常は、タングステン (W) の原料ガスであるWF<sub>6</sub>ガスとともにSiH<sub>4</sub> (シラン) ガスを基板上に供給して、タングステン層を堆積するためのシード層となるタングステンシリサイド (W<sub>x</sub>Si<sub>y</sub>) を含む核形成層 (Nucleation Layer) を基板上に堆積している。

#### 【0006】

【発明が解決しようとする課題】近年、半導体集積回路のさらなる微細化に伴って、ピアなどのホール内へのタングステン層の埋め込み不良 (W-Missing) の発生が問題となっている。すなわち、アスペクト比 (Aspect Ratio) が低いホールの場合には、ホール内の上方部分から下方部分までの側壁上に、ほぼ一様にタングステン層が成長し、タングステン層が良好に埋め込まれる。

【0007】これに対して、半導体集積回路の微細化によってホール径が小さくなり、ホールのアスペクト比が高くなってくると、基板表面上、または基板表面に近いホール内の上方部分の側壁上などに、タングステン層が先に堆積されてしまう場合がある。このとき、ホール内の下方部分の側壁上には、タングステン層を充分に堆積させることができない。このため、高アスペクト比のホールでは、ホール内の下方部分にタングステン層が堆積されていない空隙 (Void) を生じるなど、タングステン層の埋め込み不良を生じる。

【0008】本発明は、以上の問題点を解決するためになされたものであり、アスペクト比が高いホールが設けられた基板に対しても、ホール内に充分にタングステン金属層を埋め込むことが可能な気相堆積方法及び装置を提供することを目的とする。

#### 【0009】

【課題を解決するための手段】このような目的を達成するために、本発明による気相堆積方法は、基板上にタングステンを含む金属層を堆積させる気相堆積方法であって、(1) タングステン原子を含有する化合物からなるW化合物ガス及びシリコン原子を含有する化合物からなるSi化合物ガスを流量比x<sub>1</sub> : y<sub>1</sub>で含む第1の混合ガスを供給して、基板上に第1核形成層を堆積する第1核形成工程と、(2) W化合物ガス及びSi化合物ガスを条件

$$x_1/y_1 < x_2/y_2$$

を満たす流量比x<sub>2</sub> : y<sub>2</sub>で含む第2の混合ガスを供給し

て、第1核形成層上に第2核形成層を堆積する第2核形成工程と、(3) W化合物ガスを含む第3のガスを供給して、第2核形成層上にタングステン層を堆積するタングステン堆積工程と、を備えることを特徴とする。

【0010】また、本発明による気相堆積装置は、基板上にタングステンを含む金属層を堆積させる気相堆積装置であって、(a) 基板を収容するチャンバと、(b) チャンバ内に収容された基板に対してタングステン原子を含有する化合物からなるW化合物ガスを供給する第1のガス供給源、及びシリコン原子を含有する化合物からなるSi化合物ガスを供給する第2のガス供給源を有するガス供給系と、(c) W化合物ガス及びSi化合物ガスを流量比x<sub>1</sub> : y<sub>1</sub>で含む第1の混合ガスを供給して、基板上に第1核形成層を堆積し、続いて、W化合物ガス及びSi化合物ガスを条件

$$x_1/y_1 < x_2/y_2$$

を満たす流量比x<sub>2</sub> : y<sub>2</sub>で含む第2の混合ガスを供給して、第1核形成層上に第2核形成層を堆積した後、W化合物ガスを含む第3のガスを供給して、第2核形成層上にタングステン層を堆積するように、ガス供給系を制御する気相堆積制御手段と、を備えることを特徴とする。

【0011】上記した気相堆積方法及び装置においては、タングステン堆積工程 (TungstenDeposition Step) に先立って行われる核形成工程 (Nucleation Step) を2段階に分けて、SiH<sub>4</sub>などのSi化合物ガスの流量比 (混合比) が高い第1の混合ガスによる第1核形成を行った後に、第2の混合ガスによる第2核形成を行うこととしている。このように、最初に第1の混合ガスを用いてホールの内壁上に第1核形成層を堆積した後、その上に第2核形成層及びタングステン層を順次堆積することによって、後述するように、アスペクト比が高いホールが設けられた基板に対しても、ホール内に充分にタングステン金属層を埋め込むことが可能となる。

【0012】また、W化合物ガスとしては、例えばWF<sub>6</sub>などが用いられるが、この場合、Ti層/TiN層からなる中間層 (バリア層) などへの、WF<sub>6</sub>に含まれるフッ素 (F) のアタッキング (F-Attacking) が問題となる場合がある。これに対して、上記のようにSi化合物ガスの流量比が高い第1の混合ガスによって、第1核形成層を先に堆積することとしておけば、Fアタッキングが抑制される。

【0013】ここで、上記した気相堆積方法及び装置の好適な実施条件としては、各工程でのガス流量については、第1核形成工程において、第1の混合ガスの流量比x<sub>1</sub> : y<sub>1</sub>が、条件

$$1/1 \leq x_1/y_1 \leq 4/3$$

を満たすことが好ましい。第1の混合ガスでの流量比 (混合比) をこの範囲内とすることによって、ホール内の下方部分まで充分に第1核形成層を堆積させることができ、また、第1核形成層によるFアタッキングの抑制

効果を充分に得ることができる。

【0014】また、第2核形成工程において、第2の混合ガスの流量比  $x_2 : y_2$  が、条件

$$3/1 \leq x_2/y_2 \leq 4/1$$

を満たすことが好ましい。第2の混合ガスでの流量比

(混合比) をこの範囲内とすることによって、第1核形成層及び第2核形成層からなる核形成層の全体を、充分に成長させることができる。

【0015】さらに、第2核形成工程において、W化合物ガスの流量と、Si化合物ガスの流量とを合わせた合計流量が、 $30 \text{ cm}^3/\text{min}$  以下であることが好ましい。このとき、ホール内の上方部分から下方部分の全体で、良好に第2核形成層を堆積させることができる。

【0016】また、各工程でのガス圧力については、第1核形成工程において、第1の混合ガスのガス圧力が、 $8 \text{ kPa}$  以下 ( $60 \text{ Torr}$  以下) であることが好ましい。これによって、ホール内の下方部分まで、第1核形成層を良好に堆積させることができる。なお、混合ガスのガス圧力とは、原料ガスであるW化合物ガス及びSi化合物ガス以外のガス (例えば、Arガス、H<sub>2</sub>ガスなど) をも含めた全体でのガス圧力をいう。

【0017】さらに、第1核形成工程における第1の混合ガスのガス圧力と、第2核形成工程における第2の混合ガスのガス圧力とが、略等しいことが好ましい。このとき、第1核形成工程と、第2核形成工程とを、圧力調整等を行うことなく連続的に実施することができる。

【0018】また、気相堆積方法は、第1核形成工程の前に、Si化合物ガスを含む予備加熱用ガスを供給しつつ、基板を予備的に加熱する予備加熱工程をさらに備えることを特徴とする。

【0019】同様に、気相堆積装置は、気相堆積制御手段が、第1核形成層を堆積する前に、Si化合物ガスを含む予備加熱用ガスを供給しつつ、基板を予備的に加熱するように、ガス供給系を制御することを特徴とする。

【0020】このように、核形成層の堆積前に行われる予備加熱 (ソーカー、Soak) 時に、Si化合物ガスを含む予備加熱用ガスを供給することとしておけば、核形成層及びタングステン層を堆積する対象となる基板の状態を含むタングステン金属層の堆積条件が改善される。

【0021】このとき、予備加熱工程において、予備加熱用ガスのガス圧力が、 $10 \text{ kPa}$  以上 ( $75 \text{ Torr}$  以上) であることが好ましい。このように、ソーカー時のガス圧力を高くしておくことにより、Si化合物ガスを伴う予備加熱による堆積条件の改善効果が向上される。

【0022】

【発明の実施の形態】以下、図面とともに本発明による気相堆積方法及び装置の好適な実施形態について詳細に説明する。なお、図面の説明においては同一要素には同一符号を付し、重複する説明を省略する。また、図面の寸法比率は、説明のものと必ずしも一致していない。

【0023】図1は、本発明による気相堆積装置 (半導体製造装置) であるCVD装置の一実施形態を、一部断面として概略的に示す構成図である。CVD装置1は、処理対象の基板であるシリコンウェハなどの半導体ウェハを収容するとともに、その半導体ウェハ上に、タングステンを含む導電性の金属層 (以下、単にタングステン金属層という) を堆積するものである。

【0024】なお、以下においては、タングステン金属層を堆積するためにプロセスガスとして供給されるガスについて、タングステン (W) 原子を含有する化合物からなるW化合物ガスとしては、WF<sub>6</sub>を用いることとする。また、シリコン (Si) 原子を含有する化合物からなるSi化合物ガスとしては、SiH<sub>4</sub>を用いることとする。

【0025】図1に示したCVD装置1は、タングステン金属層を堆積させる対象となるシリコンウェハ5が内部に収容されるチャンバ2と、チャンバ2内に収容されたウェハ5に対して、原料ガスなどの必要なガスを供給するガス供給系3とを備えて構成されている。

【0026】チャンバ2内には、ウェハ5を載置して保持する基板保持台であるサセプタ20が設置されている。また、サセプタ20の上方で、サセプタ20に載置されるウェハ5に対向する位置には、中空の円盤状をなし、ガス供給系3から供給されるガスに対するガス分配部として機能するシャワーへッド4が設けられている。

【0027】サセプタ20は、Oリングまたはメタルシールなどによって、チャンバ2に対して気密に設けられるとともに、駆動機構 (図示していない) により上下に駆動可能に構成されている。これにより、ウェハ5を保持するサセプタ20と、ウェハ5上にガスを供給するシャワーへッド4とは、その間の距離が調整可能となっている。さらに、サセプタ20には、ヒータ21が内設されており、このヒータ21によりウェハ5が所望の温度に加熱される。

【0028】また、シャワーへッド4は、サセプタ20の中心軸を中心とした略円筒状の胴部41を有している。この胴部41の上端側には、ガス供給系3からのガスが供給される開口状のガス供給口35が略中心の位置に設けられたベースプレート (蓋部) 43が設置されている。また、胴部41の下端側には、多孔板からなるフェイスプレート45が設置されている。また、シャワーへッド4内部のベースプレート43及びフェイスプレート45に挟まれた位置には、フェイスプレート45と略平行となるように、多孔板からなるプロッカープレート47が設置されている。

【0029】ここで、シャワーへッド4の内部には、胴部41、ベースプレート43、及びプロッカープレート47によって、上方空間部S<sub>a</sub>が形成されている。また、胴部41、フェイスプレート45、及びプロッカープレート47によって、下方空間部S<sub>b</sub>が形成されてい

る。なお、ベースプレート43は、プロッカープレート47に対向する面が略平滑面、すなわち、凹凸部を実質的に有しない面形状とされている。

【0030】チャンバ2内にガスを供給するガス供給系3は、ウェハ5上にタングステンシリサイド( $W_xS_{1-y}$ )及びタングステン(W)を堆積させる原料ガスを供給するガス供給源として、WF<sub>6</sub>ガスを供給する第1のガス供給源であるWF<sub>6</sub>ガス供給源31と、SiH<sub>4</sub>ガスを供給する第2のガス供給源であるSiH<sub>4</sub>ガス供給源32とを備えている。また、各層の堆積時の圧力調整及び化学反応などに用いられるガスを供給するガス供給源として、Ar(アルゴン)ガス供給源33と、H<sub>2</sub>(水素)ガス供給源34とを備えている。

【0031】これらのガス供給源31~34は、それぞれのガスの質量流量を制御するMFC(質量流量コントローラ、Mass Flow Controller)31a~34aが設けられたガス供給用配管30を介して、シャワーヘッド4のベースプレート43に設けられたガス供給口35に接続されている。これにより、ガス供給源31~34それぞれからのWF<sub>6</sub>ガス、SiH<sub>4</sub>ガス、Arガス、及びH<sub>2</sub>ガスは、ガス供給系3からガス供給口35を経てシャワーヘッド4に導入され、プロッカープレート47及びフェイスプレート45を介して、チャンバ2内、及びチャンバ2内に収容されたウェハ5上に供給される。

【0032】シャワーヘッド4を構成しているフェイスプレート45及びプロッカープレート47には、それぞれ、複数の貫通孔45a及び47aが設けられている。この貫通孔45aにより、フェイスプレート45によって隔てられている下方空間部Sbと、チャンバ2内でウェハ5が収容されている空間とが、ガスの流通が可能なよう連通されている。また、貫通孔47aにより、プロッカープレート47によって隔てられている上方空間部Saと、下方空間部Sbとが、ガスの流通が可能なよう連通されている。

【0033】ガス供給系3からガス供給用配管30及びガス供給口35を介してシャワーヘッド4内に導入された各ガスは、上方空間部Sa、プロッカープレート47の貫通孔47a、及び下方空間部Sbを通過する間に適当に混合または分配される。そして、その混合ガスは、フェイスプレート45の貫通孔45aから、ウェハ5上へと供給される。

【0034】また、チャンバ2の下部には、開口状のガス排気口36が設けられている。このガス排気口36には、チャンバ2内を減圧する真空ポンプや圧力計などを含むガス排気系37が、ガス排気用配管を介して接続されている。

【0035】ガス供給系3のMFC31a~34aは、コンピュータなどからなるCVD制御部(気相堆積制御手段)10に接続されている。また、ガス排気系37も同様に、CVD制御部10に接続されている。これによ

り、ガス供給系3によるガスの供給及びガス排気系37によるガスの排気と、それによって設定されるチャンバ2内のガス雰囲気及びガス圧力とは、自動または操作者による操作に基づいて、CVD制御部10によって制御される。

【0036】なお、このCVD制御部10は、ガス供給系3及びガス排気系37に加えて、サセプタ20やヒータ21の駆動部など、CVD装置1の他の各部にも接続されていても良い。あるいは、このCVD制御部10を含む複数の制御部から、制御装置が構成されていても良い。CVD装置1の各動作は、自動または操作者による操作に基づいて、このCVD制御部10を含む制御装置によって制御される。

【0037】図1に示したCVD装置1を用いた気相堆積方法について説明する。図2は、本発明による気相堆積方法の一実施形態を示すフローチャートである。また、図3には、図2に示したフローチャートの一部について、各工程での条件を含めて具体的に示してある。

【0038】なお、図3に示すフローチャート、及び以下に示すフローチャートの説明においては、各工程でガス供給系3から供給されるガス流量については、ガス供給源31から供給されるWF<sub>6</sub>ガス、及びガス供給源32から供給されるSiH<sub>4</sub>ガスの流量(供給量)を示し、圧力調整及び化学反応などに用いられるガス供給源33からのArガス及びガス供給源34からのH<sub>2</sub>ガスについては、その流量の説明を省略している。また、ガス圧力については、WF<sub>6</sub>ガス、SiH<sub>4</sub>ガス、及びそれ以外のArガス、H<sub>2</sub>ガスをも含めた全体でのガス圧力を示している。

【0039】また、各工程におけるウェハ5の加熱は、上述したように、サセプタ20に内設されたヒータ21によって行われる。その加熱温度は、各工程にわたってほぼ一定、または工程毎に異なる温度に設定される。

【0040】最初に、CVD装置1のチャンバ2内に、タングステン金属層を堆積する対象となるウェハ5を収容する(ステップS101)。チャンバ2内を、ガス排気口36を介して接続されているガス排気系37の真空ポンプによって減圧する。そして、この減圧下において、ロードロックチャンバや他のチャンバ、ウェハ準備室などから、搬送ロボットによってウェハ5をチャンバ2へと搬送し、サセプタ20上に載置してチャンバ2内に収容する。

【0041】ウェハ5としては、例えば、シリコンウェハ上の絶縁層にコンタクトホールやビアなどのホールが形成されたシリコンウェハが用いられる。ウェハ5の構成及びホールの充填等については、後述する。

【0042】次に、サセプタ20及びウェハ5への予備的な加熱であるソーク(Soak)を行う(S102、予備加熱工程、Soak Step)。ガス供給系3のガス供給源32から流量y<sub>0</sub>(cm<sup>3</sup>/min = sccm, Standard

$\text{cc}/\text{min}$ 、以下同様)で供給された $\text{SiH}_4$ ガスを含む予備加熱用ガスを、シャワー・ヘッド4を介してウェハ5上に供給する。そして、チャンバ2内が所定のガス圧力 $p_0$  (kPa)となるように圧力調整を行うとともに、時間 $t_0$  (sec)にわたって、サセプタ20及びウェハ5を予備的に加熱する(図3参照)。

【0043】ウェハ5に対するソークが終了したら、ウェハ5上へのタングステン金属層の堆積を開始する。まず、タングステン層を堆積するためのシード層となる核形成層(Nucleation Layer)の堆積を行う(S103、核形成工程、Nucleation Step)。本実施形態においては、この核形成工程は、第1核形成工程(S104、First Nucleation Step、「Nuc 1」と略記する)、及び第2核形成工程(S105、Second Nucleation Step、「Nuc 2」と略記する)の2段階の工程を有して構成されている。

【0044】第1核形成工程(S104)では、ガス供給源31から流量 $x_1$  ( $\text{cm}^3/\text{min}$ )で供給された $\text{WF}_6$ ガス、及びガス供給源32から流量 $y_1$  ( $\text{cm}^3/\text{min}$ )で供給された $\text{SiH}_4$ ガスを含む第1の混合ガスを、シャワー・ヘッド4を介してウェハ5上に供給する。そして、ガス圧力 $p_1$  (kPa)の条件下で、時間 $t_1$  (sec)にわたって、ウェハ5上にタングステンシリサイド( $\text{W}_x\text{Si}_y$ )を含む第1核形成層を堆積する。

【0045】具体的には、 $\text{WF}_6$ ガス及び $\text{SiH}_4$ ガスを含む各ガス供給源31～34からのガスがシャワー・ヘッド4へと供給されると、ガス供給口35から導入されたこれらのガスは、上方空間部S a、ブロッカープレート47、及び下方空間部S bによって充分に混合される。そして、この第1の混合ガスが、フェイスプレート45の貫通孔45aを介してウェハ5上に供給される。このとき、ヒータ21によって加熱されているウェハ5上で $\text{WF}_6$ ガスと $\text{SiH}_4$ ガスとが反応し、タングステンシリサイドを含む第1核形成層がウェハ5上に堆積される。

【0046】第1核形成層の堆積を終了したら、 $\text{WF}_6$ ガス及び $\text{SiH}_4$ ガスの流量等を調整して、第2核形成工程を開始する。第2核形成工程(S105)では、ガス供給源31から流量 $x_2$  ( $\text{cm}^3/\text{min}$ )で供給された $\text{WF}_6$ ガス、及びガス供給源32から流量 $y_2$  ( $\text{cm}^3/\text{min}$ )で供給された $\text{SiH}_4$ ガスを含む第2の混合ガスを、シャワー・ヘッド4を介してウェハ5上に供給する。そして、ガス圧力 $p_2$  (kPa)の条件下で、時間 $t_2$  (sec)にわたって、ウェハ5上(第1核形成層上)にタングステンシリサイドを含む第2核形成層を堆積する。

【0047】ここで、第1核形成工程での $\text{WF}_6$ ガス及び $\text{SiH}_4$ ガスの流量比 $x_1:y_1$ と、第2核形成工程での $\text{WF}_6$ ガス及び $\text{SiH}_4$ ガスの流量比 $x_2:y_2$ とは、次式の条件

$$x_1/y_1 < x_2/y_2$$

を満たしている。すなわち、第1核形成工程で用いられる第1の混合ガスは、第2核形成工程で用いられる第2の混合ガスに比べて、 $\text{SiH}_4$ ガスの流量比(混合比)が高くなっている。

【0048】第2核形成層の堆積を終了し、核形成層の堆積をすべて終了したら、タングステン層(Tungsten Layer)の堆積を行う(S106、タングステン堆積工程、Tungsten Deposition Step、Via Fill Step、「VF」と略記する)。ガス供給源32からの $\text{SiH}_4$ ガスの供給を停止するとともに、 $\text{WF}_6$ ガスの流量等を調整し、ガス供給源31から流量 $x_3$  ( $\text{cm}^3/\text{min}$ )で供給された $\text{WF}_6$ ガスを含む第3のガスを、シャワー・ヘッド4を介してウェハ5上に供給する。そして、ガス圧力 $p_3$  (kPa)の条件下で、時間 $t_3$  (sec)にわたって、ウェハ5上(第2核形成層上)にタングステン層を堆積する。

【0049】タングステン層の堆積を終了し、第1核形成層、第2核形成層、及びタングステン層からなるタングステン金属層の堆積をすべて終了したら、 $\text{WF}_6$ ガス及び $\text{SiH}_4$ ガスの供給を停止して、CVD法による成膜を終了する。成膜が終了したら、必要に応じて、チャンバ2内に残留する $\text{WF}_6$ ガス及び $\text{SiH}_4$ ガスを $\text{Ar}$ ガスによってバージした後、タングステン金属層が形成されたウェハ5をチャンバ2の外部へと搬出する。

【0050】図1～図3に示した気相堆積装置及び気相堆積方法による、ウェハ5のビア(Via)などのホールへのタングステン金属層の埋め込み(Via Fill)について、図4を用いて説明する。図4は、ウェハに形成されたホール、及びホール内に堆積されるタングステン金属層の積層構造の一例を模式的に示す側面断面図である。

【0051】図4に示す例においては、タングステン金属層を堆積させる対象となるシリコンウェハ5は、シリコンベース50と、シリコンベース50上に形成された酸化シリコンからなる絶縁層51とを有して構成されている。また、この絶縁層51には、ビアなどのホール55が形成されている。

【0052】絶縁層51上及びホール55の内壁上には、中間層(バリア層)52が形成されている。この中間層52は、1層または複数層のT<sub>i</sub>層/T<sub>i</sub>N層などからなる。そして、このウェハ5の中間層52上に、上記した気相堆積装置及び気相堆積方法を用いて、第1核形成層61、第2核形成層62、及びタングステン層63からなるタングステン金属層6が堆積される。

【0053】すなわち、第1核形成工程及び第2核形成工程によって、図4に示すように、中間層52上に第1核形成層61及び第2核形成層62からなるタングステンシリサイドを含む核形成層が堆積される。さらに、タングステン堆積工程によって、核形成層61、62上に、タングステン層63が堆積されて、タングステン金属層6が形成される。

【0054】このとき、タングステン金属層6がホール55に埋め込まれることによって、ホール55内が充填されて、半導体集積回路での層間結線として機能するタングステンプラグ(W-Plug)が形成される。特に、上記した気相堆積方法によれば、タングステンシリサイドを含む核形成層を、SiH<sub>4</sub>ガスの流量比を変えて2段階で堆積することによって、ホール55内に充分にタングステン金属層6を埋め込むことが可能とされている。

【0055】ここで、本発明による気相堆積装置及び気相堆積方法によるタングステン金属層の埋め込み状態の向上効果について説明するため、従来の気相堆積方法において生じる埋め込み不良(W-Missing)について、図5を用いて説明する。

【0056】例えば、MO-CVD法などによって形成されたTiN層を中間層52に含むウェハ5を加熱すると、中間層52のTiN層からアウトガス(Out-Gas)が放出される。このとき、WF<sub>6</sub>ガス及びSiH<sub>4</sub>ガスを供給して行う核形成層のホール55内への堆積では、図5(a)に示すように、ホール55の内壁から発生したアウトガスのホール55外部への放出(破線によって示す)と、シャワーヘッド4からウェハ5上へと供給されたWF<sub>6</sub>ガス及びSiH<sub>4</sub>ガスのホール55内部への侵入(実線によって示す)とが競合する。この場合、ホール55のホール径がホール深さに対して小さくなり、ホール55のアスペクト比(ホール深さ/ホール径)が高くなってくると、アウトガスの放出に対して、WF<sub>6</sub>ガス及びSiH<sub>4</sub>ガスがホール55内の下方部分まで充分に侵入できなくなってくる。

【0057】このとき、WF<sub>6</sub>ガスとSiH<sub>4</sub>ガスとは、ウェハ5表面(上面)上、またはウェハ5表面に近いホール55内の上方部分の側壁上などで反応して、それらの部分にタングステンシリサイドとして堆積されてしまい、下方部分の側壁上にはタングステンシリサイドを含む核形成層が充分に堆積されないこととなる。

【0058】このような核形成層上にタングステン層を堆積すると、全体として得られるタングステン金属層6では、図5(b)に示すように、ホール55内の下方部分において、タングステン金属層6が堆積されていない空隙(Void)56を生じてしまい、ホール55に対するタングステン金属層(タングステンプラグ)の埋め込み不良が発生する。また、中間層52のTiN層上への核形成層の堆積では、局所的な異常成長を生じることがあり、この異常成長も埋め込み不良の原因となる。

【0059】特に、アスペクト比が高いホールでは、ホール径が小さいため、タングステン金属層6の積層構造における核形成層の割合が大きくなる。したがって、このようなホールにおいては、核形成層での膜厚の不均一性の、タングステン金属層の埋め込み全体への影響が大きい。

【0060】これに対して、上記した気相堆積方法及び

装置においては、タングステン堆積工程(VF)に先立って行われる核形成工程を2段階に分けて、SiH<sub>4</sub>ガスの流量比(混合比)が高い第1の混合ガスによる第1核形成(Nuc1)を行った後に、第2の混合ガスによる第2核形成(Nuc2)を行うこととしている。

【0061】このように、SiH<sub>4</sub>ガスの流量比が高い第1の混合ガスによる第1核形成層の堆積によれば、ホール55内の下方部分まで充分に第1核形成層が堆積されるようになることが可能である。そして、ホール55の内壁上に第1核形成層61がいったん形成されてしまうと、この第1核形成層61があることによって、中間層52のTiN層からのアウトガスの放出や異常成長の発生など、タングステン金属層の埋め込み不良の原因となる現象の発生が抑制される。

【0062】したがって、最初にSiH<sub>4</sub>ガスの流量比が高い第1の混合ガスを用いて、ホール55内の側壁上に下方部分に至るまで充分に第1核形成層61を堆積した後、SiH<sub>4</sub>ガスの流量比が低い第2の混合ガスによる第2核形成層62の堆積、及び第3のガスによるタングステン層63の堆積を順次行うことによって、アスペクト比が高いホール55が設けられたウェハ5に対しても、ホール55内の全体に充分にタングステン層を埋め込むことが可能となる。

【0063】また、タングステン金属層の堆積において、Ti層/TiN層からなる中間層52などへの、WF<sub>6</sub>に含まれるフッ素(F)のアタッキング(F-Attacking)が問題となる場合がある。例えば、中間層52へのFアタッキングによるTiFの形成は、ホール55の内壁上に堆積された各層に、剥離(Peeling)や噴出痕(Volcano)などが発生する原因となる。

【0064】これに対して、上記のようにSiH<sub>4</sub>ガスの流量比が高い第1の混合ガスによって、第1核形成層61を先に堆積することとしておけば、第1核形成層61の堆積時には、WF<sub>6</sub>ガスの流量比が小さいためFアタッキングが低減される。また、第2核形成層62及びタングステン層63の堆積時には、第1核形成層61がFアタッキングに対するバリア層として機能する。これにより、タングステン金属層6を堆積する際の、中間層52またはシリコンベース50、絶縁層51などへのFアタッキングが抑制される。

【0065】ここで、第1核形成工程における第1の混合ガスでのWF<sub>6</sub>ガス及びSiH<sub>4</sub>ガスの流量比x<sub>1</sub>:y<sub>1</sub>については、条件

$$1/1 \leq x_1/y_1 \leq 4/3$$

を満たすように、各流量x<sub>1</sub>及びy<sub>1</sub>を設定することが好ましい。また、第2核形成工程における第2の混合ガスでのWF<sub>6</sub>ガス及びSiH<sub>4</sub>ガスの流量比x<sub>2</sub>:y<sub>2</sub>については、条件

$$3/1 \leq x_2/y_2 \leq 4/1$$

を満たすように、各流量x<sub>2</sub>及びy<sub>2</sub>を設定することが好

ましい。核形成工程における流量比（混合比）をそれぞれ上記の範囲内とすることで、特に良好に第1核形成層61及び第2核形成層62からなる核形成層を堆積させて、タンクステン金属層の埋め込みを向上させることができる。

【0066】なお、図2に示した気相堆積方法においては、核形成層及びタンクステン層の堆積前に、 $\text{SiH}_4$ ガスを含む予備加熱用ガスを供給しつつ予備加熱（ソーク）を行っている。このように、ウェハ5の予備加熱時に $\text{SiH}_4$ ガスを供給することとしておけば、核形成層及びタンクステン層を堆積する対象となるウェハ5の状態など、タンクステン金属層の堆積条件が改善される。

【0067】このとき、予備加熱用ガスのガス圧力 $p_0$ を10kPa以上（75 Torr以上）とすることが好ましい。このように、ソーカ時のガス圧力を高くしておくことにより、例えば4kPa（30 Torr）の場合と比べて、 $\text{SiH}_4$ ガスを伴う予備加熱による堆積条件の改善効果が向上される。

【0068】上述した気相堆積装置及び気相堆積方法の好適な実施条件について、ホールへのタンクステン金属層の埋め込みの具体的な実施例とともに検討する。以下に示す実施例においては、ホール深さが0.80μmのビアを有するとともに、中間層として膜厚50Å×2層のTiN層が成膜されたシリコンウェハを、タンクステン金属層を堆積する対象とした。また、CVD装置1としては、Applied Materials社製、CENTURA（登録商標）Main Frame、WxZ+チャンバをベースとしたCVD装置を用いた。その基本的な構成は、図1に示した通りである。

【0069】各工程での加熱温度（成膜温度）については、405°Cに設定した。また、成膜時間については、第1核形成工程での成膜時間 $t_1$ を5sec程度、第2核形成工程での成膜時間 $t_2$ を10sec程度とした。その他の予備加熱工程での時間 $t_0$ 、及びタンクステン堆積工程での成膜時間 $t_3$ については、ホール径などのウェハ5の構成や成膜すべき膜厚などに応じて、適宜設定した。また、予備加熱工程については、予備加熱用ガスのガス圧力を $p_0=12\text{ kPa}$ （90 Torr）とした。

【0070】また、各工程でのArガス及びH<sub>2</sub>ガスの流量については、設定すべきガス圧力や反応条件などに応じて適宜設定しているが、例えば、Arガスの流量=2800cm<sup>3</sup>/min、H<sub>2</sub>ガスの流量=1000cm<sup>3</sup>/min程度である。

【0071】ウェハのビア（ホール）へのタンクステン金属層の埋め込みについては、次のように定義されるサイドカバレッジによって評価した。すなわち、図5(b)に示すように、ビア内の上方部分の側壁上に堆積されたタンクステン金属層（あるいは核形成層）の膜厚を $a_1$ 、 $a_2$ 、下方部分の側壁上に堆積されたタンクステン

ン金属層（あるいは核形成層）の膜厚を $b_1$ 、 $b_2$ としたときに、次式

$$((b_1+b_2)/(a_1+a_2)) \times 100 (\%)$$

によってサイドカバレッジを定義した。

【0072】このとき、ビア内の上方部分から下方部分まで均一に堆積された場合に、 $b_1+b_2=a_1+a_2$ からサイドカバレッジが100%となる。そして、下方部分での堆積が充分に行われずに埋め込みが不良になるにしたがって、 $b_1+b_2 < a_1+a_2$ となってサイドカバレッジが低下する。

【0073】まず、核形成工程を第1核形成工程（Nuc1）及び第2核形成工程（Nuc2）の2段階とすることによる、サイドカバレッジの改善（タンクステン金属層埋め込みの改善）効果について確認する。

【0074】図6は、実施例A1～A4でのサイドカバレッジについて比較するグラフである。これらの実施例A1～A4では、いずれも、ホール深さ $d=0.80\mu\text{m}$ 、ホール径 $\phi=0.25\mu\text{m}$ で、アスペクト比3.2のビアを有するウェハをタンクステン金属層堆積の対象とし、核形成工程及びタンクステン堆積工程（VF）の両工程を行った。また、各工程でのガス圧力については、第1核形成工程及び第2核形成工程では $p_1=p_2=4\text{ kPa}$ （30 Torr）、タンクステン堆積工程では $p_3=12\text{ kPa}$ （90 Torr）とした。

【0075】これらの実施例A1～A4のうち、実施例A1及びA2では、第2核形成工程を $x_2=60\text{ cm}^3/\text{min}$ 、 $y_2=20\text{ cm}^3/\text{min}$ のガス流量で、また、タンクステン堆積工程を $x_3=150\text{ cm}^3/\text{min}$ のガス流量で行っている。また、第1核形成工程については、実施例A1では、 $x_1=30\text{ cm}^3/\text{min}$ 、 $y_1=30\text{ cm}^3/\text{min}$ のガス流量で行っている。一方、実施例A2では、第1核形成工程を行わず、第2核形成工程に相当する工程のみで、核形成層の堆積を行っている。

【0076】以上の条件によって成膜されたタンクステン金属層のサイドカバレッジを比較すると、第2核形成工程のみを行った実施例A2でのサイドカバレッジ84%に対して、第1及び第2核形成工程を行った実施例A1でのサイドカバレッジは89%と、サイドカバレッジが改善されている。

【0077】また、実施例A3及びA4では、第2核形成工程でのガス流量を $x_2=20\text{ cm}^3/\text{min}$ 、 $y_2=7\text{ cm}^3/\text{min}$ に変えて、実施例A1及びA2と同様の成膜を行った。そのサイドカバレッジを比較すると、第2核形成工程のみを行った実施例A4でのサイドカバレッジ84%に対して、第1及び第2核形成工程を行った実施例A3でのサイドカバレッジは100%と、同様にサイドカバレッジが改善されている。

【0078】このようなサイドカバレッジの改善効果は、アスペクト比の高いホールに対して、さらに顕著と

なる。図7は、そのような実施例B1～B4でのサイドカバレッジについて比較するグラフである。これらの実施例B1～B4では、いずれも、ホール深さ  $d = 0.80 \mu\text{m}$ 、ホール径  $\phi = 0.16 \mu\text{m}$ で、アスペクト比5.0のビアを有するウェハをタンクステン金属層堆積の対象とし、核形成工程及びタンクステン堆積工程の両工程を行った。その他の各条件については、すべて実施例A1～A4と同様である。

【0079】実施例B1及びB2でのサイドカバレッジを比較すると、第2核形成工程のみを行った実施例B2でのサイドカバレッジが、20%とかなり低くなっているのに対して、第1及び第2核形成工程を行った実施例B1でのサイドカバレッジは59%と、サイドカバレッジが大幅に改善されている。

【0080】また、第2核形成工程でのガス流量を変えた実施例B3及びB4でのサイドカバレッジを比較すると、第2核形成工程のみを行った実施例B4でのサイドカバレッジが、26%とかなり低くなっているのに対して、第1及び第2核形成工程を行った実施例B3でのサイドカバレッジは57%と、同様にサイドカバレッジが大幅に改善されている。

【0081】次に、第1核形成工程(Nuc1)におけるWF<sub>6</sub>ガス及びSiH<sub>4</sub>ガスの流量  $x_1$ 、 $y_1$  (cm<sup>3</sup>/min)について検討する。

【0082】図8は、SiH<sub>4</sub>ガスのガス流量を変えたとき、堆積される核形成層で生じる密度の変化を示すグラフである。ここで、WF<sub>6</sub>ガスのガス流量については、 $x_1 = 20 \text{ cm}^3/\text{min}$ で一定としている。また、実線及び点線で2つのグラフを示してあるが、これらは、異なるシャワー・ヘッド4(図1参照)を用いて、堆積を行ったものである。

【0083】これらのグラフより、SiH<sub>4</sub>ガスのガス流量が  $y_1 = 20 \text{ cm}^3/\text{min}$  を超えて、流量比  $x_1 : y_1$  が  $1/1 > x_1 / y_1$  となると、核形成層の密度が大きく減少し始めることがわかる。この傾向は、さらにシャワー・ヘッドを変更して行った試験でも、同様に確認された。また、このような  $1/1 > x_1 / y_1$  の条件は、異常成膜や異常反応の原因ともなる。したがって、第1核形成工程でのWF<sub>6</sub>ガス及びSiH<sub>4</sub>ガスのガス流量は、条件  $1/1 \leq x_1 / y_1$  を満たすことが好ましい。

【0084】一方、SiH<sub>4</sub>ガスの流量比が減少して  $x_1 / y_1$  が大きくなってくると、相対的にWF<sub>6</sub>ガスの流量比が大きくなるので、第1核形成層を先に堆積することによるウェハへのFアタッキングの低減効果が充分に得られない。このFアタッキングの低減効果に関しては、第1核形成工程でのWF<sub>6</sub>ガス及びSiH<sub>4</sub>ガスのガス流量は、条件  $x_1 / y_1 \leq 4/3$  を満たすことが好ましい。

【0085】以上より、第1核形成工程における第1の混合ガスでのWF<sub>6</sub>ガス及びSiH<sub>4</sub>ガスの流量比  $x_1 : y_1$  については、条件

$1/1 \leq x_1 / y_1 \leq 4/3$

を満たす ( $x_1 : y_1 = 1 : 1 \sim 4 : 3$ ) ことが好ましい。これにより、ウェハのホール内の下方部分まで充分に、良好な条件の第1核形成層を堆積させることができ、また、第1核形成層によるFアタッキングの抑制効果を充分に得ることができる。

【0086】次に、第1核形成工程(Nuc1)におけるガス圧力  $p_1$  (kPa) について検討する。

【0087】図9は、実施例C1～C4でのサイドカバレッジについて比較するグラフである。これらの実施例C1～C4では、いずれも、ホール深さ  $d = 0.80 \mu\text{m}$ 、ホール径  $\phi = 0.23 \mu\text{m}$ で、アスペクト比3.5のビアを有するウェハをタンクステン金属層堆積の対象とし、第1核形成工程のみを行った。また、ガス流量については、実施例C1～C3では  $x_1 = y_1 = 30 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、実施例C4では  $x_1 = y_1 = 25 \text{ cm}^3/\text{min}$ とした。

【0088】これらの実施例C1～C4では、第1核形成工程でのガス圧力  $p_1$  を変えて、第1核形成層の堆積を行っている。すなわち、実施例C1では  $p_1 = 0.67 \text{ kPa}$  (5 Torr)、実施例C2では  $p_1 = 2 \text{ kPa}$  (15 Torr)、実施例C3では  $p_1 = 4 \text{ kPa}$  (30 Torr)、実施例C4では  $p_1 = 12 \text{ kPa}$  (90 Torr) のガス圧力で、第1核形成工程を行っている。

【0089】以上の条件によって成膜されたタンクステン金属層のサイドカバレッジを比較すると、ガス圧力  $p_1 = 4 \text{ kPa}$  での実施例C3が42%と最もサイドカバレッジが大きい。また、それよりもガス圧力が小さい  $p_1 = 0.67 \text{ kPa}$ 、 $2 \text{ kPa}$  での実施例C1、C2でも、それぞれ29%、30%のサイドカバレッジが得られている。一方、ガス圧力が大きい  $p_1 = 12 \text{ kPa}$  での実施例C4では、サイドカバレッジはほぼ0%まで低下している。

【0090】以上の実施例のデータ及び他のデータなどから、第1核形成工程における第1の混合ガスのガス圧力は、8 kPa以下(60 Torr以下)であることが好ましく、特に、ほぼ4 kPaとすることが好ましい。これによって、ホール内の下方部分まで、第1核形成層を良好に堆積して、そのサイドカバレッジを改善することができる。

【0091】次に、第2核形成工程(Nuc2)におけるWF<sub>6</sub>ガス及びSiH<sub>4</sub>ガスの流量  $x_2$ 、 $y_2$  (cm<sup>3</sup>/min)について検討する。

【0092】図10は、実施例D1～D3でのサイドカバレッジについて比較するグラフである。これらの実施例D1～D3では、いずれも、ホール深さ  $d = 0.80 \mu\text{m}$ 、ホール径  $\phi = 0.17 \mu\text{m}$ で、アスペクト比4.7のビアを有するウェハをタンクステン金属層堆積の対象とし、第1核形成工程及び第2核形成工程を行った。

また、各工程でのガス圧力については、第1核形成工程及び第2核形成工程ともに  $p_1 = p_2 = 4 \text{ kPa}$  (30 Torr) とした。また、第1核形成工程でのガス流量については、 $x_1 = y_1 = 30 \text{ cm}^3/\text{min}$  とした。

【0093】これらの実施例D1～D3では、第2核形成工程でのガス流量  $x_2$ 、 $y_2$  を、 $x_2/y_2 = 4/1$  の流量比を固定した条件下で変えて、第2核形成層の堆積を行っている。すなわち、実施例D1では  $x_2 = 80 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、 $y_2 = 20 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、実施例D2では  $x_2 = 40 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、 $y_2 = 10 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、実施例D3では  $x_2 = 20 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、 $y_2 = 5 \text{ cm}^3/\text{min}$  のガス流量で、第2核形成工程を行っている。

【0094】以上の条件によって成膜されたタングステン金属層のサイドカバレッジを比較すると、ガス流量  $x_2 = 20 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、 $y_2 = 5 \text{ cm}^3/\text{min}$  とガス流量が少ない実施例D3が6.9%と最もサイドカバレッジが大きく、それよりもガス流量が多い実施例D1、D2では、サイドカバレッジがそれぞれ5.4%、5.1%とやや小さくなっている。

【0095】以上の実施例のデータ及び他のデータなどから、第2核形成工程における第2の混合ガスでのガス流量は、 $\text{WF}_6$ ガスのガス流量  $x_2$  と、 $\text{SiH}_4$ ガスのガス流量  $y_2$  を合わせた合計流量  $x_2 + y_2$  が、 $30 \text{ cm}^3/\text{min}$  以下であることが好ましく、特に、ほぼ  $x_2 = 20 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、 $y_2 = 5 \text{ cm}^3/\text{min}$  とすることが好ましい。これによって、第2核形成層を良好に堆積して、そのサイドカバレッジを改善することができる。

【0096】また、第2核形成工程における第2の混合ガスでの $\text{WF}_6$ ガス及び $\text{SiH}_4$ ガスの流量比  $x_2 : y_2$  については、上記したサイドカバレッジの改善効果を充分に得るとともに、ウェハへのFアタッキングを低減する条件などから、条件

$$3/1 \leq x_2/y_2 \leq 4/1$$

を満たす ( $x_2/y_2 = 3 : 1 \sim 4 : 1$ ) ことが好ましい。これにより、第1核形成層及び第2核形成層からなる核形成層の全体を、充分に成長させることができる。

【0097】なお、第1核形成工程でのガス流量が  $x_1 = y_1 = 30 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、第2核形成工程でのガス流量が  $x_2 = 80 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、 $y_2 = 20 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、第1核形成工程及び第2核形成工程でのガス圧力が  $p_1 = p_2 = 4 \text{ kPa}$  (30 Torr) の条件で、ホール深さ  $d = 0.8 \mu\text{m}$  に対して、ホール径  $\phi = 0.23 \mu\text{m}$  (アスペクト比3.5) 及び  $\phi = 0.17 \mu\text{m}$  (アスペクト比4.7) の2種類のホールに対して核形成層の堆積を行ったところ、それぞれ6.6%及び5.4%のサイドカバレッジが得られた。

【0098】また、第2核形成工程におけるガス圧力  $p_2$  (kPa) については、第1核形成工程における第1の混合ガスのガス圧力  $p_1$  と、第2核形成工程における第2の混合ガスのガス圧力  $p_2$  とを、略等しくすること

が好ましい。このとき、第1核形成工程と、第2核形成工程とを、圧力調整等を行うことなく連続的に実施することができる。

【0099】以上の検討結果に基づき、第1核形成工程 (Nuc1) を、

$$x_1 = 30 \text{ cm}^3/\text{min}$$

$$y_1 = 30 \text{ cm}^3/\text{min}$$

$$p_1 = 4 \text{ kPa}$$
 (30 Torr)

第2核形成工程 (Nuc2) を、

$$x_2 = 20 \text{ cm}^3/\text{min}$$

$$y_2 = 5 \text{ cm}^3/\text{min}$$

$$p_2 = 4 \text{ kPa}$$
 (30 Torr)

タングステン堆積工程 (VF) を、

$$x_3 = 95 \text{ cm}^3/\text{min}$$

$$p_3 = 12 \text{ kPa}$$
 (90 Torr)

とした堆積条件で成膜を行って、ウェハ上 (MO-CVD で形成した中間層の TiN 層上) に、第1核形成層、第2核形成層、及びタングステン層からなるタングステン金属層を形成した。

【0100】このとき、ウェハに設けられたホール深さ  $d = 0.8 \mu\text{m}$ 、ホール径  $\phi = 0.16 \mu\text{m}$ 、アスペクト比5.0のピアに対して、80%以上のサイドカバレッジが得られ、タングステン金属層が充分に埋め込まれて、良好なタングステンプラグが形成されていることが確認された。

【0101】本発明による気相堆積方法及び装置は、上記した実施形態及び実施例に限られるものではなく、様々な変形が可能である。例えば、気相堆積装置の構成については、図1のCVD装置はその一例を示したものであり、他の構成からなる気相堆積装置としても良い。また、図3に示した各工程でのガス流量やガス圧力については、処理対象となるウェハの構成や装置の構成等に応じて、適宜設定または変更することが好ましい。

【0102】

【発明の効果】本発明による気相堆積方法及び装置は、以上詳細に説明したように、次のような効果を得る。すなわち、タングステン堆積工程に先立って行われる核形成工程を2段階に分けて、 $\text{Si}$ 化合物ガスの流量比が高い第1の混合ガスによる第1核形成を行った後に、第2の混合ガスによる第2核形成を行う気相堆積方法及び装置によれば、基板のホール内に堆積される各層のサイドカバレッジを改善して、アスペクト比が高いホールが設けられた基板に対しても、ホール内に充分にタングステン金属層を埋め込むことが可能となる。

【0103】特に、近年、半導体集積回路の微細化に伴って、コンタクトホールやピアなどのホールのアスペクト比が高くなっている。これに対して、上記した気相堆積方法及び装置によれば、そのような微細化された半導体集積回路においても、層間結線として良好なタングステンプラグを得ることが可能となる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】気相堆積装置の一実施形態を一部断面として概略的に示す構成図である。

【図2】気相堆積方法の一実施形態を示すフローチャートである。

【図3】図2に示したフローチャートの一部を具体的に示すフローチャートである。

【図4】ウェハに形成されたホール、及びホール内に堆積されたタンゲステン金属層の積層構造の一例を模式的に示す側面断面図である。

【図5】タンゲステン金属層の埋め込み不良について説明するための模式図である。

【図6】図2に示した気相堆積方法によるサイドカバレッジの改善効果を示すグラフである。

【図7】図2に示した気相堆積方法によるサイドカバレッジの改善効果を示すグラフである。

【図8】密度のSiH<sub>4</sub>流量依存性を示すグラフである。

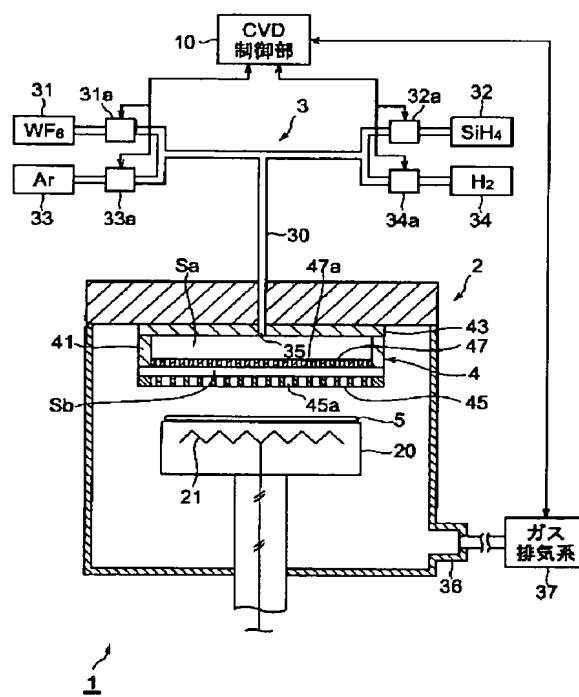
【図9】サイドカバレッジのガス圧力依存性を示すグラフである。

【図10】サイドカバレッジのガス流量依存性を示すグラフである。

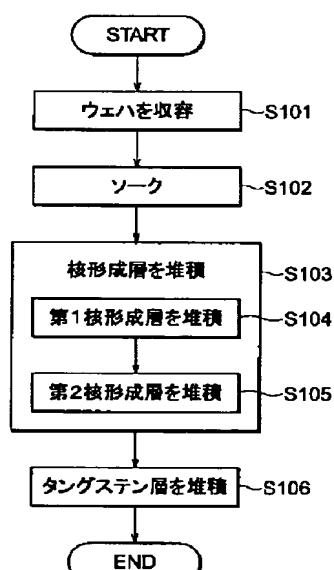
## 【符号の説明】

1…CVD装置、10…CVD制御部、2…チャンバ、  
20…セプタ、21…ヒータ、3…ガス供給系、30…ガス供給用配管、31…WF<sub>6</sub>ガス供給源、32…SiH<sub>4</sub>ガス供給源、33…Arガス供給源、34…H<sub>2</sub>ガス供給源、35…ガス供給口、36…ガス排気口、37…ガス排気系、4…シャワー・ヘッド、41…胴部、43…ベースプレート(蓋部)、45…フェイスプレート(多孔板)、47…プロッカープレート(多孔板)、5…シリコンウェハ、50…シリコンベース、51…絶縁層、52…中間層、55…ホール、6…タンゲステン金属層、61…第1核形成層、62…第2核形成層、63…タンゲステン層。

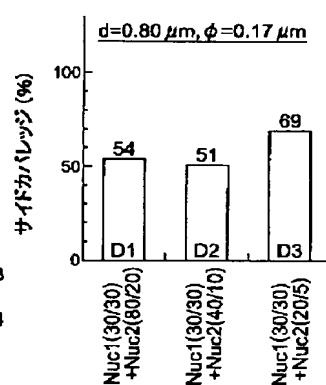
【図1】



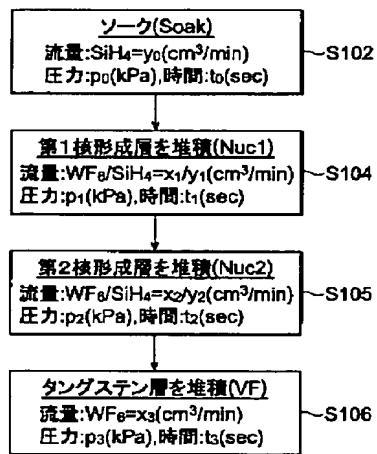
【図2】



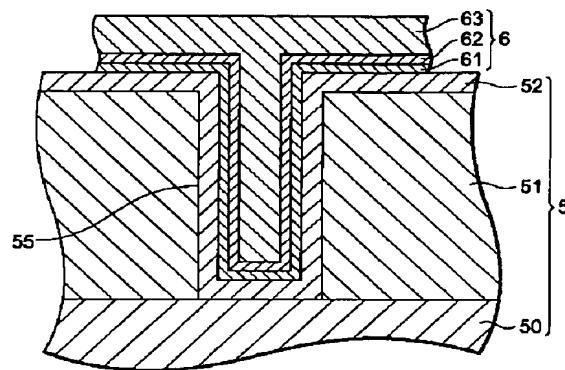
【図10】



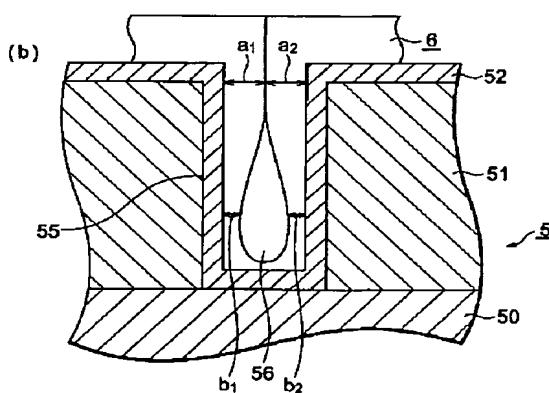
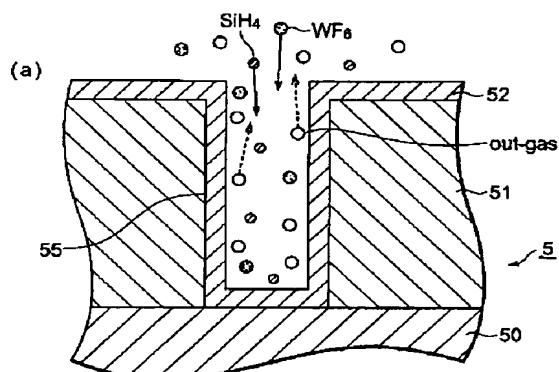
【図3】



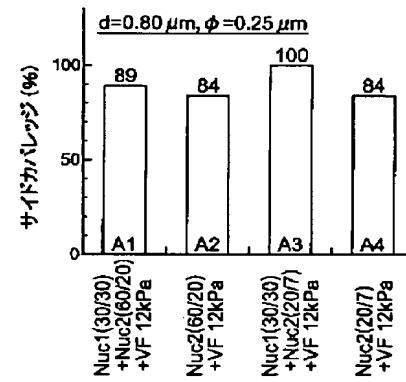
【図4】



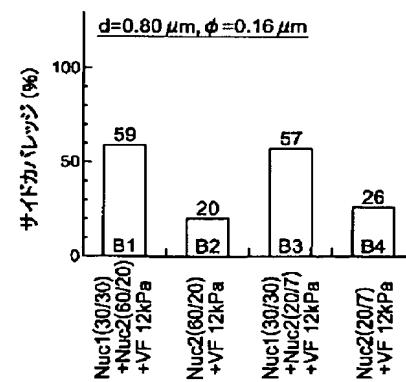
【図5】



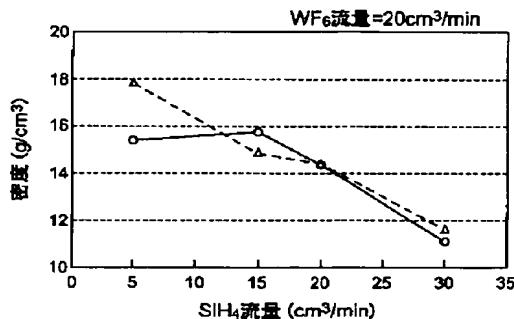
【図6】



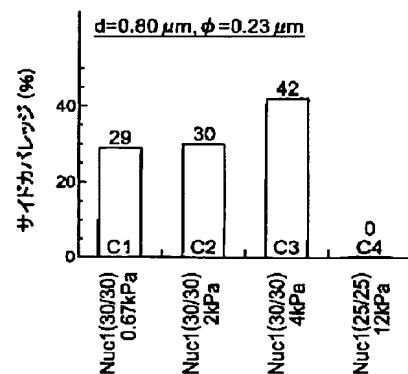
【図7】



【図8】



【図9】



フロントページの続き

(72)発明者 西山 俊彦  
千葉県成田市新泉14-3野毛平工業団地内  
アプライド マテリアルズ ジャパン  
株式会社内

(72)発明者 守本 正宏  
千葉県成田市新泉14-3野毛平工業団地内  
アプライド マテリアルズ ジャパン  
株式会社内

(72)発明者 牧崎 広行  
千葉県成田市新泉14-3野毛平工業団地内  
アプライド マテリアルズ ジャパン  
株式会社内

(72)発明者 宮永 真美子  
千葉県成田市新泉14-3野毛平工業団地内  
アプライド マテリアルズ ジャパン  
株式会社内

F ターム(参考) 4K030 AA04 AA06 AA16 AA17 BA20  
BA29 BA48 BB12 CA04 FA10  
JA06 KA04 LA15  
4M104 BB14 CC01 DD45 FF18 HH13  
5F033 JJ18 JJ19 JJ28 JJ33 KK01  
NN06 NN07 PP03 PP04 PP09  
PP33 RR04 WW05 WW06 XX02